

⑫ 公開特許公報(A) 平4-55332

⑤ Int. Cl.⁵

識別記号

庁内整理番号

⑥ 公開 平成4年(1992)2月24日

C 03 B 20/00

6971-4G

審査請求 未請求 請求項の数 4 (全4頁)

⑭ 発明の名称 合成石英ガラス板の連続的製造方法

⑰ 特 願 平2-166140

⑱ 出 願 平2(1990)6月25日

⑲ 発 明 者 滝 田 政 俊 新潟県中頸城郡頸城村大字西福島28番地の1 信越化学工業株式会社合成技術研究所内

⑲ 発 明 者 大 塚 久 利 新潟県中頸城郡頸城村大字西福島28番地の1 信越化学工業株式会社合成技術研究所内

⑳ 出 願 人 信越化学工業株式会社 東京都千代田区大手町2丁目6番1号

㉑ 代 理 人 弁理士 山本 亮一 外1名

明 細 書

(産業上の利用分野)

本発明は合成石英ガラス板の連続的製造方法、特にTFT基板などにも適用することができる合成石英ガラス板を成形治具を通して連続的に引抜き成形する方法に関するものである。

(従来の技術)

石英ガラス製品の連続的製造方法については、水晶粉を連続的に金属製円筒に供給し、ヒーターで熔融してから連続的に下部よりマンドレルを通して引抜いて石英棒や石英パイプを製造するという方法が公知とされており(米国特許第2,155,131号明細書参照)、これによれば石英ガラス製品を安価に、かつ大量に提供することができるという利点があるけれども、このような連続熔融装置では泡の混入があるために製品に筋の発生があり、各種基板用の品質がわるくなるという欠点があり、これにはまた始発材が天然の水晶粉であることから純度が低く、合成石英ガラスのように高品位のものは得ることができないという不利もある。

1. 発明の名称

合成石英ガラス板の連続的製造方法

2. 特許請求の範囲

1. 粒状の合成石英ガラスを連続的にモリブデン製筒の中に投入し、タングステンヒーターにより加熱焼結し、筒の下部から成形治具を通して板状体を連続的に引抜くことを特徴とする合成石英ガラス板の連続的製造方法。
2. 粒状の合成石英ガラスがゾルーゲル法で製造された非晶質の二酸化けい素である請求項1に記載した合成石英ガラス板の製造方法。
3. モリブデン製筒内が水素-ヘリウムガス雰囲気とされる請求項1に記載した合成石英ガラス板の製造方法。
4. モリブデン製筒の幅に対し製品厚味が1/50より小さくされる請求項1に記載した合成石英ガラス板の製造方法。

3. 発明の詳細な説明

(発明が解決しようとする課題)

しかして、純度の高い合成石英ガラスの製造については、例えば四塩化けい素などのようなけい素化合物を酸水素火炎中で加水分解させて得たシリカ微粉末を担体棒上に堆積させ、ついでこれを熔融して合成石英ガラスとする方法が知られており、これによれば高純度の合成石英ガラスを得ることができるけれども、これにはOH基含有量が通常1,000ppmと多くなり、構造も不規則なものとなるために高温粘性が著しく低いものになるという不利があり、これについてはアルキルシリケートを酸性あるいは塩基性で加水分解してシリカゾルを作り、脱水乾燥して乾燥ゲルとしたのち焼結する、いわゆるゾル-ゲル法も公知とされており、本発明者らはさきにメチルシリケートをアンモニアの存在下で加水分解、重縮合させてシリカ微粒子を作り、減圧下に焼結してから、酸水素火炎で焼結、透明化して合成石英ガラスを得る方法を提案しており(特願平1-181541号明細書参照)、これによれば高温粘性の高い合成石英ガラスを得る

ン製の筒の中に連続的に投入し、焼結してから熔融し、これを成形治具を通して連続的に引抜き成形すれば、目的とする合成石英ガラス板を容易に高純度で得ることができることを見出して本発明を完成させた。

以下にこれをさらに詳述する。

(作用)

本発明は合成石英ガラス板を連続的に引抜き成形する方法に関するものである。

本発明は粒状の合成石英ガラスを始発材とするものであり、これはどのような方法で作られたものであってもよいが、目的とする合成石英ガラス板を高温粘性の高いものとするところからはメチルシリケートをメタノール溶媒中でアンモニアを触媒として加水分解させて粒径が200~3,000 nmのシリカを調製し、濃縮、乾燥後に加熱酸化して閉孔、ガラス化し、粉碎して粒度を整えた、ゾル-ゲル法で作られたものとするのがよく、これによれば内部に存在するOH基量が少なく、緻密な構造をもち、泡の発生も少ないことから、高温粘性

ができることを確認しているが、この方法では例えばTFT板を製造するときにまずインゴットを角形に加熱成形し、スライスしてから研磨するという長い工程が必要とされるためにコスト高になるという不利があるし、酸水素火炎を使用するものであるためにOH基含有量に差が出易く、したがって高温粘性の面でバラツキが生じるという不利のあることが判った。

(課題を解決するための手段)

本発明はこのような不利を解決した合成石英ガラス板の連続的製造方法に関するものであり、これは粒状の合成石英粉末を連続的にモリブデン製の筒の中に投入し、タングステンヒーターにより加熱焼結し、筒の下部から成形治具を通して板状体を連続的に引抜くことを特徴とするものである。

すなわち、本発明者らは従来法による不利を解決した合成石英ガラス板の連続的製造方法を開発すべく種々検討した結果、ここに使用する始発材としての石英材を例えば公知のゾル-ゲル法で作られた粒状の合成石英粉末とし、これをモリブデ

ン製の筒の中に連続的に投入し、焼結してから熔融し、これを成形治具を通して連続的に引抜き成形すれば、目的とする合成石英ガラス板を容易に高純度で得ることができることを見出して本発明を完成させた。

ン製の筒の中に連続的に投入し、焼結してから熔融し、これを成形治具を通して連続的に引抜き成形すれば、目的とする合成石英ガラス板を容易に高純度で得ることができることを見出して本発明を完成させた。

ン製の筒の中に連続的に投入し、焼結してから熔融し、これを成形治具を通して連続的に引抜き成形すれば、目的とする合成石英ガラス板を容易に高純度で得ることができることを見出して本発明を完成させた。

が、この筒内の雰囲気はアルゴンガスや窒素ガスとすると成形体に泡や筋ができるので分子量の小さい水素-ヘリウム系、特に水素とヘリウムが2:1と水素量の多い水素-ヘリウム雰囲気とすることがよいので、このモリブデン製筒には水素-ヘリウムガス導入管7が設けられており、このモリブデン製筒はその保護のためにその外側がジルコニアレンガ8、アルミナレンガ9、水冷壁10で覆われている。

このモリブデン製筒6に収納されている合成石英ガラス粒子はこの筒6の外側に設けられている加熱ヒータ11で加熱焼結、熔融されるのであるが、この加熱ヒータ11は高温、還元雰囲気ということからタングステンヒーターとすることが必要であり、これによって1,800~2,100℃に加熱され焼結、熔融される。

この加熱によって焼結、熔融された合成石英ガラスはついで成形治具12を通して引抜かれるのであるが、これは引出しローラ-13を用いて行なえばよく、これによれば目的とする合成石英ガラス

板14を連続的に得ることができ、このものは通常適宜の寸法にカッティングし、例えばTFT基板とする場合にはカッティング後、その両面を2mm程度研磨して製品化すればよい。

なお、目的とする合成石英板がTFT基板である場合には泡や筋が極力存在しないようにすることが必要とされるが、この場合には絞り率を大きくすると製品の板の表面にキズのような筋が入ることがあるので、モリブデン筒の幅に対して製品の厚みを1/50より小さくすることがよい。

(実施例)

つぎに本発明の実施例をあげる。

実施例

反応容器にメタノール150モル、純水120モル、アンモニア50モルを入れて20℃に保ち、ここにメチルシリケート10モルを120分で滴下して加水分解反応させ、反応終了後生成したシリカを自然沈降させてから沈殿物を取り出し、真空中で150℃に加熱して乾燥したところ、平均粒径が700nmであるシリカ粉が得られた。

ついで、このシリカ粉を空気中において500℃に加熱して有機物を酸化除去したのち、真空中で1,500℃に加熱してこのシリカを閉孔化し、ガラス化したところ、粒径が1~5mmである透明な合成石英ガラス塊を収率98%で得ることができた。

ついで、この粒状合成石英ガラスを第1図に示した装置を用いて合成石英ガラス板を製造することとし、この粒状合成石英ガラス50kgをホッパー11に投入し、ヘリウムガス導入管3からヘリウムガスを導入し、回転モーター1で5~50rpmで不規則な回転数で回転したのち、ロータリーバルブ4、原料供給ノズル5からモリブデン製筒6の中に供給した。

つぎにこのモリブデン製筒6の中に水素-ヘリウムガス導入管7から水素3:ヘリウム1の水素-ヘリウム混合ガスを導入して系内を水素-ヘリウムガス雰囲気としたのち、タングステンヒータ-11で系内を1,900℃に加熱して合成ガラス粒子を焼結、熔融したのち、成形治具12を通して引出しローラ-13を用いて引出速度50cm/分の速度で幅350mm×厚さ6mmの石英ガラス板を引出し成形

し、長さ400mm毎に切断したところ、得られた石英ガラス板は不純物量がAl20ppb、Fe30ppb、Na18ppb、K20ppbである高純度なもので、このものの1,150℃での粘性は 2×10^{13} ポイズという高温粘性のすぐれたものであった。

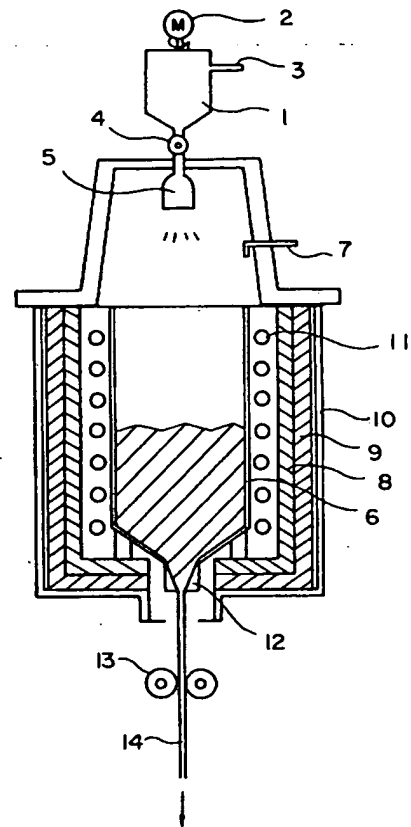
(発明の効果)

本発明は合成石英ガラス板を連続的製造方法に関するもので、これは前記したように粒状の合成石英ガラスをモリブデン製の筒の中に投入し、タングステンヒーターで加熱焼結し、筒の下部から成形治具を通して板状体を連続的に引抜くことを特徴とするものであるが、これによれば始発材が合成石英ガラス材であり、この焼結熔融がモリブデン製筒内で行なわれるので、純度が高く、高温粘度の高い合成石英ガラス板、例えばTFT板などを容易にかつ大量に生産することができるという有利性が与えられる。

4. 図面の簡単な説明

第1図は本発明による合成石英ガラス板製造装置の縦断面図を示したものである。

- | | |
|--------------------|-----------------|
| 1・・・原料ホッパー | 2・・・回転用モーター |
| 3・・・ヘリウムガス導入管 | 4・・・供給用バルブ |
| 5・・・原料供給ノズル | 6・・・モリブデン製筒 |
| 7・・・水素-ヘリウム混合ガス導入管 | |
| 8・・・ジルコニアレンガ | 9・・・アルミナレンガ |
| 10・・・水冷壁 | 11・・・タングステンヒーター |
| 12・・・成形治具 | 13・・・引出しローラー |
| 14・・・合成石英ガラス板 | |



特許出願人 信越化学工業株式会社

代理人・弁理士 山本 亮

〃 〃 荒井 鍾 司